

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-276941

(43)Date of publication of application : 04.10.1994

(51)Int.Cl.

A23F 5/46

(21)Application number : 05-093875

(71)Applicant : TAKASAGO INTERNATL CORP

(22)Date of filing : 30.03.1993

(72)Inventor : TAKANO TADASHI  
MATSUDA HIROSHI

## (54) PRODUCTION OF COFFEE FLAVOR INGREDIENT

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a coffee flavor ingredient excellent in long period preservability, acceptability, flavor-retainability and heat resistance and useful for foods, etc., by treating ground roasted coffee beans under specific states, and subsequently condensing and collecting generated volatile flavor ingredients

CONSTITUTION: Ground roasted coffee beans heated at 80-120° C are brought into contact with an aqueous solution containing 10-80wt.% of ethanol and with an inert gas such as nitrogen gas, and volatile flavor ingredients generated from the coffee beans are condensed and collected to provide the objective ingredients.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.10.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2981364

[Date of registration] 17.09.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 6 - 2 7 6 9 4 1

(43) 公開日 平成6年(1994)10月4日

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>

A 2 3 F 5/46

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

8114-4 B

審査請求 未請求 請求項の数 5

F D

(全 1 1 頁)

(21) 出願番号 特願平5-93875

(22) 出願日 平成5年(1993)3月30日

(71) 出願人 000169466

高砂香料工業株式会社

東京都港区高輪3丁目19番22号

(72) 発明者 鷹野 正

東京都大田区蒲田5丁目36番31号 高砂香料工業株式会社総合研究所内

(72) 発明者 松田 浩

東京都大田区蒲田5丁目36番31号 高砂香料工業株式会社総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 小野 信夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】 コーヒー香気成分の製造法

(57) 【要約】

【構成】 80～120℃に加熱されている粉砕焙煎コーヒー豆に、10～80重量%のエタノールを含む水溶液及び不活性ガスを送給、接触せしめ、該コーヒー豆から発生する揮発性香気成分を凝縮、捕集することを特徴とするコーヒー香気成分の製造法。

【効果】 本発明によれば、焙煎、粉砕した直後のコーヒー豆の有する好ましい香気を完全に捕集することができ、しかも、本発明方法は複雑な装置や特殊な条件を必要としないため、容易にかつ安価に実施でき、工業的にも有利な方法である。また、本発明方法によって得られたコーヒー香気成分は、加工や長期の保存においても香味の変化が少ないので、コーヒー、コーヒー飲料、その他食品及び嗜好品等に添加することにより、これらの香味の質を高め、強化することができ、商品価値の向上が大いに期待できる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 80～120℃に加熱されている粉碎焙煎コーヒー豆に、10～80重量%のエタノールを含む水溶液及び不活性ガスを送給、接触せしめ、該コーヒー豆から発生する揮発性香気成分を凝縮、捕集することを特徴とするコーヒー香気成分の製造法。

【請求項2】 10～80重量%のエタノールを含む水溶液及び不活性ガスが混合物として送給、接触される請求項1記載のコーヒー香気成分の製造法。

【請求項3】 10～80重量%のエタノールを含む水溶液及び不活性ガスが予め加温されたものである請求項第1項または第2項記載のコーヒー香気成分の製造法。

【請求項4】 エタノールを含む水溶液及び不活性ガスを連続的に送給し、飽和蒸気の形で粉碎焙煎コーヒー豆に接触させる請求項第1項ないし第3項のいずれかの項記載のコーヒー香気成分の製造法。

【請求項5】 揮発性香気成分を、エタノール、水及び不活性ガスを含む飽和蒸気とし、これを大気中に開放された凝縮器を通して凝縮させる請求項第1項ないし第4項のいずれかの項記載のコーヒー香気成分の製造法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、焙煎、粉碎した直後のコーヒー豆の有する好ましい香気を完全にかつ効率的に捕集する方法に関し、更に詳細には、コーヒー、コーヒー飲料、その他食品及び嗜好品等に添加することにより、これらの香味の質を高め、強化し、更に耐熱性及び持続性を付与し、その商品価値を向上させることのできる水溶性のコーヒー香気成分の製造法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、インスタントコーヒーや缶コーヒーのようなコーヒー飲料が数多く市場に出回っているが、これらの製品には、焙煎コーヒー豆の香りを与えるためにコーヒー香料が添加されている。

【0003】コーヒー飲料業界において、コーヒー香料とは、食品衛生法の制約を受ける食品添加物群の一つで、食品の製造または加工の工程でコーヒーの香気を付与または増強するために添加されるものであり、コーヒー豆の蒸留物や抽出物のような天然香料、または化学的に合成された合成香料、あるいはこれらの混合物及びその製剤であると定義されている（食品添加物表示懇談会編著、「新訂版 食品添加物表示の実務」（1990）参照）が、コーヒーを飲むときの香りは、焙煎し、粉碎した直後のコーヒー豆の有する強く深い香りが最も好ましいとされており、この好ましい香気成分を天然のままの組成で分離し、これをコーヒー香料として各種コーヒー製品に添加することが、その香気の改良、強化に最も効果的であると望まれている。

【0004】従来より、このような目的のために、焙煎

れてきており、これらの方法としては、以下のようなものが挙げられる。

【0005】（1） コーヒー生豆の焙煎時に発生する香気成分を捕集する方法：この方法としては、例えば、米国特許第2087602号明細書及び米国特許第2156212号明細書では、空気などの気体量を制限した焙煎方法により水分を含むコーヒー香気成分を発生させているが、この方法によれば、好ましくない香気も含まれるのでこれを除去するために煩雑な手段を経なければならぬ。更に、この香気成分は、凝縮、回収が困難なので、直ちに適当な製品に吸収させる必要があり、用途が制限される。

【0006】また、焙煎により得た含水香気成分を、後述する超臨界状態の流体を用いて抽出する方法や、活性炭、合成ゼオライト、シリカゲルのような吸着剤に吸着させる方法もあるが、このような煩雑な操作が加わることによって、コストの上昇が避けられない。

【0007】更に、特開昭61-70944号公報には、不活性ガス気流下でコーヒー生豆を間接加熱により焙煎し、発生した香味成分を凝縮、捕集する方法が開示されているが、焙煎粉碎後の香気までは利用されていない。

【0008】（2） 焙煎コーヒー豆の粉碎時に発生する香気成分を捕集する方法：この方法は香気が大気中へ散失しやすく、捕集が困難であるという欠点を持つ。

【0009】（3） 粉碎焙煎コーヒー豆を加熱しながら機械的に圧搾処理し、豆中に多量に存在するグリセリドと香気成分が合体した「コーヒーオイル」として得る方法：この方法では製造過程における過剰な加熱が避けられず、このために香気が大気中へ散失してしまう。

【0010】（4） 粉碎焙煎コーヒー豆を有機溶剤により抽出して「コーヒーオイル」として得る方法：この方法では、用いた有機溶剤を減圧下で回収する際に香気散失しやすく、残留溶剤について食品衛生上厳しい制限がある。

【0011】（5） 上記（3）または（4）の方法で得られるコーヒーオイルを蒸留して香気成分を捕集する方法：例えば、特開昭52-87248号公報に、減圧蒸留による方法が開示されているが、この方法では、香気成分の凝縮、捕集のための特別な装置と-196℃という非常に低温の冷媒を必要とし、更に大気圧に戻す時の香気の散失が避けられない。この他同様の方法として、特開平3-217500号公報には、コーヒーオイルにエタノールを添加して、この混合溶液を減圧蒸留する方法が開示されているが、この方法では減圧蒸留のための特別な装置を必要とする。

【0012】（6） 粉碎焙煎コーヒー豆を、液化炭酸ガス、液体窒素等を用いた超臨界状態の流体を用いて抽出する方法：例えば、特開昭47-19067号公報には、超臨界状態の二酸化炭素により加圧及び加温下で抽

出する方法が開示されており、また、特開昭61-88853号公報では含水エタノールの存在下で超臨界状態の流体を用いた抽出を行っているが、これらの方法では、高価な装置が必要である。

【0013】(7) 粉碎焙煎コーヒー豆を水蒸気蒸留して得られる留分から水を分離するか、または、該留分から適当な溶剤を用いて香氣成分のみを抽出する方法：この方法では好ましい香氣成分の一部が水に移行してしまう恐れがあり、焙煎コーヒー豆の香氣組成に近い香氣成分を得ることは難しい。更に、処理後のコーヒー豆はかなりの水分を含み、廃棄する際にかなりのコストがかかると思われる。

【0014】例えば特公昭50-29027号公報には、含水焙煎コーヒーを容器に入れ高温、高圧の飽和蒸気を通し、この蒸気を通気ラインを通して放出し、安定してからこのラインを閉じ、蒸気を凝縮、捕集する方法が開示されているが、この方法では、コーヒー豆の香氣組成をそのまま取り出すことができるかどうか判然としないことに加え、容量の大きい耐圧容器を必要とする点においても不利である。

【0015】また、井村直人ら（日本食品工業学会誌、第39巻、第11号、1030-1037頁（1992年11月））によれば、インスタントコーヒーの嗜好性を改善する目的で添加する焙煎コーヒーの水蒸気蒸留物において、ロブスタ種コーヒー豆から回収された蒸留物の香りは消費者に好まれないため、アラビカ種コーヒー豆のみから回収する方法を提案しているが、ロブスタ種コーヒー豆に比べアラビカ種コーヒー豆の方がはるかに高価格であるため、コストが上昇し最良の方法であるとは言いがたい。

【0016】更に、特開昭59-109133号公報には、粉碎焙煎コーヒー豆に、水蒸気及び／又は不活性ガスを通じて放出させた揮発性コーヒーフレーバー成分含有気相を、凝縮させずに、pH5以下の糖アミノ反応生成物及び／又はカラメル溶液中に導入捕捉する方法が開示されている。この方法では、糖アミノ反応生成物及び／又はカラメルが呈味成分となり、得られたコーヒーフレーバーの用途が著しく制限される。

【0017】

【発明が解決しようとする課題】以上のように、焙煎コーヒー豆の天然の香氣を捕集する方法は、従来より種々の試みがなされているにもかかわらず、未だ満足のいく方法は確立されていないのが現状である。

【0018】更に、近年のコーヒー飲料業界においては、各種製品の多様化に伴い、コーヒー香料として、ミルクの風味に負けない香氣成分、レトルト製品への加工工程における安定性及び長期保存に対する安定性に優れた香氣成分の開発が要請されてきている。

【0019】本発明は、このような業界の要請に応え、更に従来法では解決できなかった欠点を克服するコーヒ

ー香氣成分の製造法、即ち、粉碎焙煎コーヒー豆の香氣成分を完全に、かつ、容易に安価に捕集する方法を確立することを課題とする。

【0020】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、この課題を解決するため、粉碎焙煎コーヒー豆を出発原料として、その中に含まれる揮発性香氣成分の分離、捕集の方法について鋭意検討した結果、あらかじめ該コーヒー豆を特定の温度範囲で加熱し、香氣成分の発生しやすい状態を保ちながら、これに特定割合のエタノール蒸気・水蒸気・不活性ガスの三成分から成る蒸気を常にバランスのとれた状態で接触させれば、該コーヒー豆から発生する揮発性成分との混合蒸気を得ることができ、これを凝縮、捕集することにより、粉碎焙煎コーヒー豆の香氣を完全に、かつ、容易にしかも経済的に捕集することができることを見いだした。

【0021】更に、この方法により得られる香氣成分は、各種コーヒー製品に添加した際、これらの香味の質を高め、強化するばかりではなく、この香氣成分は耐熱性、持続性にも優れることを見だし本発明を完成した。

【0022】すなわち本発明は、80～120℃で加熱されている粉碎焙煎コーヒー豆に、10～80重量%のエタノールを含む水溶液及び不活性ガスの混合物を送給、接触せしめ、該コーヒー豆から発生する揮発性香氣成分を凝縮、捕集することの特徴とするコーヒー香氣成分の製造法を提供するものである。

【0023】本発明を実施するには、粉碎された焙煎コーヒー豆を、加熱および攪拌できる容器中にいれ、80～120℃の加温下、これに10～80重量%のエタノールを含む水溶液及び不活性ガスの混合物（以下、「捕集組成物」ということがある）を導入し、十分に上記焙煎コーヒー豆と接触させ、該コーヒー豆から発生する揮発性香氣成分を捕集組成物の蒸気と共に容器外へ取り出し、この蒸気を凝縮器等により凝縮させ、この中から揮発性香氣成分を捕集すれば良い。

【0024】本発明方法で使用される粉碎焙煎コーヒー豆の品種及び産地、並びに、焙煎及び粉碎の程度は特に制限されるものではなく、用途に応じて適宜選択することができる。

【0025】例えば、特に好ましい香氣成分を得るためには、焙煎の程度と香氣成分の関係を予め実験的に定めることが好ましい。焙煎の程度は、コーヒー生豆の品種、産地等によって経験的に決められるべきであり、本発明者らの試験によれば、焙煎の程度を色差値（L値）で示すとき、例えばアラビカ種ブラジル産の場合はL値＝15～20の範囲が好ましい香氣成分を得るのに適しており、同様にコロンビア産やガテマラ産の場合はL値＝20～25の範囲が好ましく、エチオピア産やインドネシア産の場合はL値＝25～30の範囲が好ましいこ

とが判明している。よって、本発明においては、L 値がこれらの範囲に該当する豆を用いることがより好ましい。

【0026】このようなL 値のコーヒー豆を得るために、少量の生産では、電気式のサンプルロースター（プロバット社製）を用い、L 値がこれらの範囲となるまで焙煎すればよいが、工業化レベルの実施においてはこれに留まらず、ガス加熱式の小型生産機種（プロバット社製）のような装置を用いて所定のL 値まで焙煎してもよい。尚、コーヒー豆のL 値は、一般に15～30の範囲で示され、値の小さいほど焙煎の程度が強く、大きいほど焙煎が浅い。

【0027】また、使用する焙煎コーヒー豆の粉碎の程度、すなわち粒度と香気成分の量との関係についても予め実験的に最適の範囲をきめることが好ましい。本発明者らは、アラビカ種ガテマラ産の焙煎後2日経過したL 値＝22のコーヒー豆を、種々の粒度となるように粉碎し、それぞれの粒度の豆について、50重量%のエタノールを含む水溶液と窒素ガスから成る捕集組成物を用いて、2時間、105℃（80℃から徐々に上昇させた最終温度）の加熱条件で本発明を試験的に実施した。

【0028】すなわち、（A）4つ割りした豆、（B）4つ割りより細かく、径が2.36mmより大きいもの（新JISで規定されている7.5メッシュのふるいを通過しないもの）、（C）径が2.36mm以下0.355mm以上のもの（新JISで規定されている7.5メッシュのふるいは通過するが、42メッシュのふるいは通過しないもの）、（D）径が0.355mmより小さいもの（新JISで規定されている42メッシュのふるいを通過するもの）の4種類の粒度のコーヒー豆を原料として香気成分を採取し、粒度と香気成分の量との関係を調べた。そして、得られた香気のバランスや処理後のコーヒー豆の残存香気の強さから、（C）の径が2.36mm以下0.355mm以上のものが、良い香気成分を得るのに最も優れていることが分かった。よって、本発明においては、この近辺の粒度の豆を用いることが好ましい。

【0029】以上のように焙煎、粉碎されたコーヒー豆は、後記捕集組成物の導入口と混合蒸気の排出口を有する容器内に入れられ、約80～120℃に加熱される。

【0030】この粉碎焙煎コーヒー豆を加熱する加熱方法としては、間接加熱が好ましく、例えば、種々の加熱装置を用い、シリコンオイルのような加熱媒体を加熱し、これによりコーヒー豆を入れた容器を間接加熱すれば良い。

【0031】本発明方法においては、この加熱された粉碎焙煎コーヒー豆を、蒸気の状態となるまで加熱されたエタノール水溶液と接触させる必要がある。そして、採用するエタノールと水の組成割合によって、エタノールが蒸気となる温度は異なるが、エタノールの大気圧下

での沸点が78℃であることから、エタノール水溶液の飽和蒸気発生には最低でも80℃程度が必要であり、更に、コーヒー豆を入れた容器内から飽和蒸気が押し出されるのに必要かつ十分な温度、及び、コーヒー香気成分の完全な分離に必要なかつ十分な温度を考慮すれば、上記温度範囲、すなわち80～120℃に加熱することが必要である。

【0032】なお、加熱温度は、使用するコーヒー豆の種類等によっても異なるが、一般的には、エタノールの組成割合が多い程比較的低温で加熱しても良く、また、必要に応じ、操作の途中で温度を上昇させていくこともできる。

【0033】加熱されたコーヒー豆と、蒸気となった捕集組成物の接触は、好ましくは捕集組成物を連続的に送給されることにより行われる。この捕集組成物は、エタノール蒸気、水蒸気および不活性ガスの飽和蒸気のことであることが好ましく、これをコーヒー豆と接触させることにより、コーヒー香気成分を含む飽和蒸気（以下、「混合飽和蒸気」ということがある）を得ることができる。エタノール蒸気および水蒸気は飽和でない形で用いることもできるが、その場合には、香気のバランスが崩れることもある。

【0034】捕集組成物において使用するエタノールと水の組成割合は、使用するコーヒー豆の種類等により、最適範囲が異なることがあるので、これも予め実験的に定めることが望ましいが、本発明者らの試験によれば、L 値＝15～20のアラビカ種ブラジル産の粉碎焙煎コーヒー豆を用いた場合は、エタノールの割合を10～60重量%の範囲で実施したとき得られた香気成分の評価が特に良く、同様にL 値＝20～25のアラビカ種ガテマラ産のコーヒー豆の場合は20～70重量%の範囲が特に良く、L 値＝25～30のアラビカ種エチオピア産のコーヒー豆の場合は30～80重量%の範囲が特に良いことが判明した。従って、使用するコーヒー豆の種類や焙煎の程度等に応じて10～80重量%の範囲内で水溶液中のエタノールの濃度を設定すれば良い。一般に使用するコーヒー豆のL 値が高い程、エタノールの濃度を高く設定すると良い。

【0035】また、捕集組成物として不活性ガスを使用する理由は、コーヒー豆の過剰な熱分解や酸素による酸化反応を防ぎ、コーヒー香気成分の分離、捕集を有利にするためである。この不活性ガスは、ヘリウムガスのような周期表0族の元素に限らず、窒素ガスのように化学的に反応性に乏しい気体であれば任意のものを用いることができるが、特に、安価で容易に入手できる窒素ガスをを用いることが経済的である。

【0036】捕集組成物とコーヒー豆の接触工程は、より具体的には、以下の如くしておこなわれる。すなわち、濃度を調整したエタノール水溶液を適当な容器にとり、これをコーヒー豆の加熱温度との温度差が好ましく

は30℃以下となるように調節、加温する。予め加温しておく理由は、捕集組成物が飽和蒸気に達する時間を早めるためであるが、あまり高温で加温すると蒸発する恐れもあるので、50～70℃程度に調節すると良い。

【0037】次いで、このエタノール水溶液中に、例えば導入管を通じて一定量の不活性ガスを通気して捕集組成物を得、この捕集組成物を導出管を通じ、飽和蒸気の形でコーヒー豆に接触するように送給する。

【0038】この場合、送給される捕集組成物が、短時間に、かつ、常に新しい飽和蒸気としてコーヒー豆と接触できるように、特に不都合の無い限り、捕集組成物の導入管は容器内コーヒー豆の内部中心部あたりに開口させることが望ましい。

【0039】不活性ガスやエタノール水溶液の送給流量は、凝縮、捕集される香気成分の量により調節すれば良い。なお、香気成分捕集量は、使用するコーヒー豆の種類や焙煎の程度により異なるが、粉碎焙煎コーヒー豆1kg当たり約0.15～1.9リットル/時間程度の範囲である。

【0040】捕集組成物のうち不活性ガスの流量は、粉碎焙煎コーヒー豆1kg当たり0.006～6リットル/時間、より好ましくは0.06～0.12リットル/時間と設定すると良い。不活性ガスの流量が0.006リットル/時間より少ない場合は、コーヒー香気成分の容器内での滞留時間が長くなるため香気に変質する恐れがあり、6リットル/時間を越える場合は、香気成分が十分に凝縮しないで大気中に逸散する恐れがあるので好ましくない。

【0041】また、捕集組成物のうちエタノール水溶液の流量は、不活性ガスの流量に左右されるが、粉碎焙煎コーヒー豆1kg当たり、気体を含む液体の状態で0.2～2リットル/時間、より好ましくは0.5～2リットル/時間とすると良い。

【0042】この捕集組成物の送給流量のうち、実際にコーヒー香気成分の発生と捕集に利用される割合は、85～95%の範囲で送給流量にほぼ比例して高くなる。なお、この割合は、捕集された飽和蒸気の量から、コーヒー豆の生じた揮発性香気成分の量を除いた量より換算し、アルコール水溶液の量のみで、すなわち不活性ガスの流量を考慮しないで計算した値である。

【0043】この捕集組成物の送給には、必要に応じて適当なポンプ、例えば、実験室レベルの実施では脈流ポンプのようなものを、工業化レベルの実施においては小型のプランジャーポンプのようなものを用いることができる。また、不活性ガス及びエタノール水溶液は、送給流量をそれぞれ調節しながら別々にコーヒー豆を入れた容器に送給しても良い。

【0044】また、エタノール水溶液を入れる容器には、エタノール及び水を適宜補うための適当な注入口を設けておくことが良い。更に、捕集組成物の飽和蒸気をコ

ーヒー豆と効率良く接触させるためには、適当な攪拌手段でコーヒー豆を攪拌しておくことが好ましい。

【0045】次に、得られた混合飽和蒸気から目的とするコーヒー香気成分を得るには、凝縮器等を用いて混合飽和蒸気を凝縮し、適当な受器に捕集すれば良い。

【0046】混合飽和蒸気の凝縮温度は、冷媒を用いてできるだけ低く調節することが好ましく、特に好ましいバランスのとれた香気成分を捕集するためには5℃以下とするのが良い。凝縮温度が5℃を越える高い温度では、香気成分が十分に捕集されないことがあり、好ましくない。また、捕集される香気成分は水分を含有するため、あまり凝縮温度を低くすると凝縮器の伝熱面等に氷が生成し、凝縮能力を低下させ、混合飽和蒸気の通路を閉塞する恐れがあるため、好ましくない。従って、実用上は-10～5℃の範囲に調節すると良い。

【0047】以上の香気成分の分離、捕集に要する時間は、得られる香気成分及び処理後のコーヒー豆に残存する香気から終点を判断することによって決定され、使用するコーヒー豆の種類や焙煎の程度並びに得られる香気成分の用途等によって選択されるが、一般的には30～300分とすると良く、より好ましくは40～180分とするのが良い。この時間は、主に捕集組成物の送給量によって調節され、一般的には、処理時間を短くした方が香気の変質を防ぐためには好ましい。

【0048】こうして捕集されるコーヒー香気成分の全量は、コーヒー豆の種類、焙煎の程度等により異なるが、使用した粉碎焙煎コーヒー豆に対し、約20～200重量%である。この量は、コーヒー豆の発生した揮発性香気成分とともに凝縮されたエタノール及び水の量を含むもの（溜出分）である。

【0049】このようにして得られたコーヒー香気成分は、常温で透明の無色乃至帯黄色（コーヒー豆の焙煎の程度によって異なる）の微酸性の液体で、焙煎、粉碎した直後のコーヒー豆の有する好ましい香気を有する。この香気の強さは、水で1000～2000倍に希釈しても、その香気を十分に感知することができる程度である。

【0050】かくして得られるコーヒー香気成分は、このままコーヒー製品に添加することもできるが、目的に応じて適当な溶媒で希釈したり、適当な担体に保持させたり、または濃縮して用いることもできる。例えば缶入りコーヒー飲料に添加する場合は、得られた香気成分をそのままの形で0.03～0.1重量%の割合で添加するといよい。

【0051】このように、本発明のコーヒー香気成分をコーヒー製品に添加すれば、コーヒー本来の香味の質を高め、強化することによって嗜好性を増し、更に耐熱性及び持続性も有し、加工や長期の保存においても香味の変化が少ないので、商品価値の向上が大いに期待できる。尚、本発明のコーヒー香気成分は、コーヒー飲料に

限らず、コーヒー風味を望む広範囲の各種食品に利用できる。

#### 【0052】

【実施例】次に、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに制限されるものではない。

【0053】なお、以下の実施例で用いた装置の概略を図1に示す。この装置は、コーヒー豆 1 を入れる容器 2、これを加熱するための投げ込み型ヒーター 3、加熱媒体 4、温度計及び温度調節器 5、コーヒー豆を攪拌する装置 6、エタノール水溶液及び不活性ガスから成る捕集組成物のための容器 7、これを加温するためのヒーター 8、水浴 9、エタノール及び水の注入口 10、不活性ガス 11 の導入系 12、捕集組成物の導入系 13、混合飽和蒸気を凝縮するための凝縮器（コンデンサー） 14、凝縮物の受器 15、その他各種計測器等からなる。

【0054】これらの装置のうち、粉碎焙煎コーヒー豆、送給される捕集組成物及び得られるコーヒー香気成分等に直接接触する部分は、本実施例及び比較例では、ガラス、ステンレスまたは耐熱性プラスチックのような材質からなるものを使用した。工業化レベルの実施においては、目的とするコーヒー製品への影響を更に配慮したものが要求される。このような配慮によって、本発明は、経済的に安価に、商業的規模にまで拡大し実施することができる。

#### 【0055】実施例 1

エタノール水溶液及び不活性ガス（窒素ガスを使用）から成る捕集組成物の導入口、凝縮器の取り付け口、温度計及び温度調節器 5、並びに強力な攪拌機 6 を備えた5リットル容量のガラス製セパラブルフラスコ（上下に分離できるフラスコ、以下「本体フラスコ」と称す） 2 に、 $-15 \sim 20^{\circ}\text{C}$  の温度範囲で調節可能な凝縮器 14 を  $5^{\circ}\text{C}$  に固定して大気中に開放するように取り付け、凝縮器の出口には1リットル容量の三角フラスコ（以下「捕集フラスコ」と称す） 15 を設置した。

【0056】この本体フラスコ 2 にアラビカ種ブラジル産の粉碎焙煎コーヒー豆（L値 = 15.5；粒度 = 径が2.36mmより大きいもの =  $8 \pm 3\%$ 、2.36mm以下0.355mm以上のもの =  $85\%$  前後、0.355mmより小さいもの =  $5\%$  以下の組成からなる）600gを仕込み、予め200v、1kwの電気ヒーター 3 を熱源として  $135 \sim 140^{\circ}\text{C}$  に調整したシリコンオイル（信越化学株式会社製品番号KF-96-30CS） 4 を入れた油浴を脇に用意した。

【0057】一方、エタノール及び水の注入口、窒素ガス導入口並びに、本体フラスコへの送給口を設けた三口フラスコ（以下「送給フラスコ」と称す） 7 に、40重量%のエタノールを含む水溶液の適当量を入れ、水浴 9 で  $50 \sim 55^{\circ}\text{C}$  に維持した。

【0058】本実験に先立ち、好ましい香気を有する凝縮物の捕集量、すなわち目的とするコーヒー香気成分の捕集量を決定するための予備実験を行った。すなわち、本体フラスコを油浴中に設置し、本体フラスコ内の凝縮器の取り付け口付近の温度が  $80^{\circ}\text{C}$  になったら、送給フラスコの送給口を本体フラスコの導入口と接続し、粉碎焙煎コーヒー豆の仕込み重量に対し得られる香気成分の量が  $1\%$  / 分となるように窒素ガスの流量を調整（具体的には、窒素ガスの流量 = コーヒー豆1kg当たり1リットル/時間、エタノール水溶液及び窒素ガスから成る捕集組成物の流量 = コーヒー豆1kg当たり0.6リットル/時間に設定）して香気成分の捕集を開始し、10分ごとに200分間捕集し続けた。

【0059】この結果、100分後に累積香気成分量が  $100\%$  となるまでは好ましい香気を得られたが、 $100\%$  を越えると急速にコーヒーらしさがなくなることがわかったので、この量を最終捕集量と決めた。

【0060】更に、この累積香気成分量が  $100\%$  となる時間を短くするための予備実験として、同様に本体フラスコ内温度が  $80^{\circ}\text{C}$  になったところで送給フラスコの送給口を本体フラスコの導入口と接続して、窒素ガスの流量を調整し、香気成分の捕集開始から20分後、30分後、40分後、50分後、60分後、70分後、80分後、90分後及び100分後にそれぞれ累積香気成分量が  $100\%$  となるように設定し、香気成分の捕集を行った。

【0061】この結果、いずれも捕集終了時の本体フラスコ内温度（最終温度）は  $106^{\circ}\text{C}$  であり、処理後のコーヒー豆の重量は620～625gであった。また、処理直後の熱いコーヒー豆の香りの程度を評価したところ、40分以上に設定した豆はいずれも好ましいコーヒー香気完全に分離されており残存していなかったもので、これらの設定時間のうち最も短時間である40分を本実験の捕集時間と決定した。

【0062】これらの予備実験をもとに、粉碎焙煎コーヒー豆の仕込み重量に対する香気成分量を  $100\%$ 、捕集時間を40分、本体フラスコ内温度が  $80 \sim 106^{\circ}\text{C}$  になるように設定して、本実験を3回繰り返し行なった。得られたコーヒー香気成分は、pH4.9の帯黄色液体であり、その香気について3人の専門パネラーにより3点法（2種の試料を識別するのに、どちらか一方を2個、他方を1個とし、この合計3個を1組としてパネラーに示し、どれが異なる1個であるか、またはどの2個が同じであるかを当てさせ、数回の繰り返しで得られた正解数から2種の試料間に差があるかどうかを判定する方法；日科技連官能検査委員会編、「新版 官能検査ハンドブック」（1973）252～253頁）による官能試験を行ったところ、3点間の差異は認められず、いずれも好ましいコーヒー香気を有するものであった。

【0063】

## 実施例 2～6 及び 比較例 1～2

実施例1において、40重量%のエタノールを含む水溶液の代わりに表1に示す各濃度のエタノールを含む水溶液を用い、捕集終了時の本体フラスコ内温度（最終温度）を、同じく表1に示す各温度に設定した以外は、実施例1と全く同じ条件でコーヒー香気成分の捕集を行った。また、比較例として、表1に示すように、エタノールを全く含まない水及び5重量%のエタノールを含む水溶液を用い、最終温度をいずれも120℃に設定して、それ以外は実施例1と全く同じ条件でコーヒー香気成分の捕集を行った。

【0064】得られた香気成分は、いずれもpH5.1の帯黄色液体であり、これらの香気について、それぞれイオン交換水を用いて2000倍に希釈して官能試験を行い実施例1の結果と比較したところ、5～40重量%のエタノール水溶液を用いた場合（実施例1～4）に得\*

表 1

	エタノール濃度 (重量%)	最終温度 (℃)	香気の強さ	香気の質
実施例 1	40	106	+++	好ましい
実施例 2	10	117	+	好ましい
実施例 3	20	114	++	好ましい
実施例 4	30	110	+++	好ましい
実施例 5	50	104	++++	好ましい
実施例 6	60	103	++++	好ましい
比較例 1	0	120	ND	バランスが悪い
比較例 2	5	120	ND	バランスが悪い

（香気の強さは「+」の数が多い程強いことを示し、実施例1で得られた香気成分の香気の強さを「++++」と表した時の相対的な強さで表した。尚、比較例における香気の強さは、希釈倍率が異なるのでここには記載しない）

## 【0067】実施例 7

アラビカ種ガテマラ産の粉碎焙煎コーヒー豆（L値＝22；粒度は実施例1と同様）600gずつ、及び60重量%のエタノールを含む水溶液を用い、それ以外は実施例1と同様の装置及び方法で予備実験及び本実験を行った。

【0068】香気成分の捕集量を決定するための予備実験では、粉碎焙煎コーヒー豆の仕込み重量に対し得られる香気成分の量が1%/分となるように窒素ガスの流量を調整し、10分ごとに250分間香気成分の捕集を行った。この結果、150分後に累積香気成分量が150%となるまでは好ましい香気を得られたが、150%を越えると急速にアラビカ種ガテマラ産のコーヒー豆の有する特有の香気がなくなることがわかり、この量を最終捕集量と決めた。

\*られたコーヒー香気成分は、その香気の強さがエタノールの含量に比例して増し、50重量%及び60重量%のエタノール水溶液を用いた場合（実施例5及び6）に得られたコーヒー香気成分では、40重量%のものと香気の強さは同程度であり、いずれも好ましい香気を有していた。

【0065】一方、比較例のエタノールを全く含まない水及び5重量%のエタノール水溶液を用いた場合（比較例1及び2）に得られたコーヒー香気成分は、500倍希釈した場合に、40重量%のものを2000倍希釈したものと同程度の香気の強さを有するが、香気のバランスが悪く、アラビカ種ブラジル産のコーヒー豆の有する特徴を失っていた。以上の結果を、実施例1の結果と合わせて表1に示す。

## 【0066】

【0069】更に、捕集時間を決定するための予備実験では、本体フラスコ内温度が80℃になったところで送給フラスコの送給口を本体フラスコの導入口と接続して、窒素ガスの流量を調整し、香気成分の捕集開始から40分後、60分後、90分後、120分後、150分後、180分後、210分後、240分後及び270分後にそれぞれ累積香気成分量が150%となるように設定し、香気成分の捕集を行った。この結果、いずれも捕集終了時の本体フラスコ内温度は103℃であり、処理後のコーヒー豆の重量は620～630gであった。

【0070】また、処理直後の熱いコーヒー豆の香りの程度を評価したところ、120分以上に設定した豆はいずれも好ましいコーヒー香気完全に分離されており残存していなかったため、これらの設定時間のうち最も短時間である120分を本実験の捕集時間と決定した。

【0071】これらの予備実験をもとに、粉碎焙煎コーヒー豆の仕込み重量に対する香気成分量を150%、捕集時間を120分、本体フラスコ内温度が80～103℃になるように設定して、本実験を3回繰り返し行なった。得られたコーヒー香気成分は、いずれもpH4.8



の帯黄色液体であり、これらの香気について、3人の専門パネラーにより3点法による官能試験を行ったところ、3点間の差異は認められず、いずれも好ましい香気を有していた。

#### 【0072】実施例 8～14

実施例7において、60重量%のエタノールを含む水溶液の代わりに表2に示す各濃度のエタノールを含む水溶液を用い、最終温度を同じく表2に示す各温度に設定した以外は、実施例7と全く同じ条件でコーヒー香気成分の捕集を行った。

【0073】得られた香気成分は、いずれもpH4.85の帯黄色液体であり、これらの香気について、それぞれ\*

れイオン交換水を用いて1500倍に希釈して官能試験を行い、実施例7の結果と比較した。この結果、10～60重量%のエタノール水溶液を用いた場合（実施例8～12）に得られたコーヒー香気成分は、その香気の強さがエタノールの含量に比例して増し、70重量%及び80重量%のエタノール水溶液を用いた場合（実施例13及び14）に得られたコーヒー香気成分では、60重量%のものと香気の強さは同程度であり、いずれも好ましい香気を有していた。以上の結果を、実施例7の結果と合わせて表2に示す。

#### 【0074】

表 2

	エタノール濃度 (重量%)	最終温度 (℃)	香気の強さ	香気の質
実施例 7	60	103	+++++	好ましい
実施例 8	10	117	+	好ましい
実施例 9	20	114	++	好ましい
実施例 10	30	110	+++	好ましい
実施例 11	40	106	++++	好ましい
実施例 12	50	104	+++++	好ましい
実施例 13	70	102	+++++	好ましい
実施例 14	80	100	+++++	好ましい

（香気の強さは「+」の数が多い程強いことを示し、実施例7で得られた香気成分の香気の強さを「+++++」と表した時の相対的な強さで表した）

#### 【0075】実施例 15

アラビカ種エチオピア産の粉碎焙煎コーヒー豆（L値＝29；粒度は実施例1と同様）600gずつ、及び80重量%のエタノールを含む水溶液を用い、それ以外は実施例1と同様の装置及び方法で予備実験及び本実験を行った。

【0076】香気成分の捕集量を決定するための予備実験では、粉碎焙煎コーヒー豆の仕込み重量に対し得られる香気成分の量が1%/分となるように窒素ガスの流量を調整し、10分ごとに300分間香気成分の捕集を行った。この結果、180分後に累積香気成分量が180%となるまでは好ましい香気を得られたが、180%を越えると急速にアラビカ種エチオピア産のコーヒー豆の有する特有の香気がなくなることがわかり、この量を最終捕集量と決めた。

【0077】更に、捕集時間を決定するための予備実験では、本体フラスコ内温度が80℃になったところで送給フラスコの送給口を本体フラスコの導入口と接続して、窒素ガスの流量を調整し、香気成分の捕集開始から60分後、90分後、120分後、150分後、180分後、210分後、240分後、270分後及び300

分後にそれぞれ累積香気成分量が180%となるように設定し、香気成分の捕集を行った。この結果、いずれも捕集終了時の本体フラスコ内温度は100℃であり、処理後のコーヒー豆の重量は610～615gであった。

【0078】また、処理直後の加熱コーヒー豆の香りの程度を評価したところ、180分以上に設定した豆はいずれも好ましいコーヒー香気完全に分離されており残存していなかったもので、これらの設定時間のうち最も短時間である180分を本実験の捕集時間と決定した。

【0079】これらの予備実験をもとに、粉碎焙煎コーヒー豆の仕込み重量に対する香気成分量を180%、捕集時間を180分、本体フラスコ内温度が80～100℃になるように設定して、本実験を3回繰り返し行なった。得られたコーヒー香気成分は、いずれもpH5.2の無色透明の液体であり、これらの香気について、3回の繰り返し行ない、得られたコーヒー香気成分について、3人の専門パネラーにより3点法による官能試験を行ったところ、3点間の差異は認められず、いずれも好ましい香気を有していた。

#### 【0080】実施例 16～19及び比較例 3

実施例15において、80重量%のエタノールを含む水溶液の代わりに表3に示す各濃度のエタノールを含む水溶液を用い、最終温度を同じく表3に示す各温度に設定

した以外は、実施例15と全く同じ条件でコーヒー香気成分の捕集を行った。また、比較例として、表3に示すように、90重量%のエタノールを含む水溶液を用い、最終温度を100℃に設定し、それ以外は実施例1と全く同じ条件でコーヒー香気成分の捕集を行った。

【0081】得られた香気成分は、いずれもpH5.2の無色透明の液体であり、これらの香気について、それぞれイオン交換水を用いて1000倍に希釈して官能試験を行い、実施例15の結果と比較したところ、10～80重量%のエタノール水溶液を用いた場合（実施例1

表 3

	エタノール濃度 (重量%)	最終温度 (℃)	香気の強さ	香気の質
実施例15	80	100	++++	好ましい
実施例16	10	117	+	好ましい
実施例17	30	110	++	好ましい
実施例18	50	104	+++	好ましい
実施例19	70	102	+++	好ましい
比較例 3	90	100	++++	バランスが悪い

（香気の強さは「+」の数が多い程強いことを示し、実施例15で得られた香気成分の香気の強さを「++++」と表した時の相対的な強さで表した）

【0083】

【発明の効果】本発明によれば、焙煎、粉碎した直後のコーヒー豆の有する好ましい香気を完全に捕集することができ、しかも、本発明方法は複雑な装置や特殊な条件を必要としないため、容易にかつ安価に実施でき、工業的にも有利な方法である。また、本発明方法によって得られたコーヒー香気成分は、加工や長期の保存においても香味の変化が少ないので、コーヒー、コーヒー飲料、その他食品及び嗜好品等に添加することにより、これらの香味の質を高め、強化することができ、商品価値の向上が大いに期待できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例で用いた装置の概略図である。

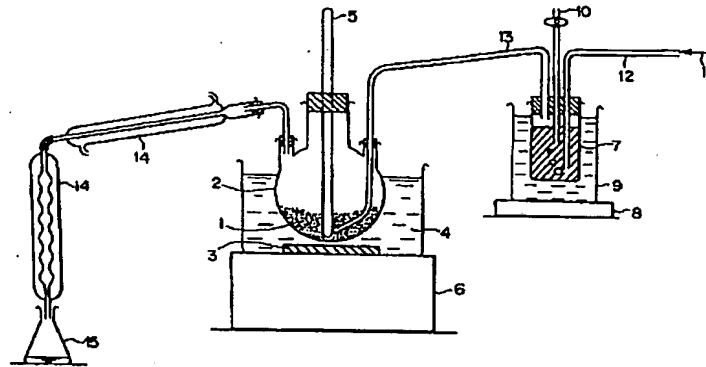
【符号の説明】

5～19)に得られたコーヒー香気成分は、その香気の強さがエタノールの含量に比例して増し、いずれも好ましい香気を有するものであったが、90重量%のエタノール水溶液を用いた場合に得られたコーヒー香気成分では、80重量%のものと香気の強さは同程度であるが、アラビカ種エチオピア産のコーヒー豆の有する特徴をやや失っていた。以上の結果を、実施例15の結果と合わせて表3に示す。

【0082】

- 1 コーヒー豆
  - 2 コーヒー豆を入れる容器
  - 3 コーヒー豆を加熱するための投げ込み型ヒーター
  - 4 加熱媒体
  - 5 温度計及び温度調節器
  - 6 コーヒー豆を攪拌する装置
  - 7 エタノール水溶液及び不活性ガスから成る捕集組成物のための容器
  - 8 捕集組成物を加温するためのヒーター
  - 9 水浴
  - 10 エタノール及び水の注入口
  - 11 不活性ガス
  - 12 不活性ガスの導入系
  - 13 捕集組成物の導入系
  - 14 混合飽和蒸気を凝縮するためのコンデンサー
  - 15 凝縮物の受器
- 以 上

【図1】



## 【手続補正書】

【提出日】平成6年4月5日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0064

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0064】得られた香り成分は、いずれもpH5.1の帯黄色液体であり、これらの香りについて、それぞれイオン交換水を用いて2000倍に希釈して官能試験を行い実施例1の結果と比較したところ、10～40重量%のエタノール水溶液を用いた場合（実施例1～4）に得られたコーヒー香り成分は、その香りの強さがエタノール

ールの含量に比例して増し、50重量%及び60重量%のエタノール水溶液を用いた場合（実施例5及び6）に得られたコーヒー香り成分では、40重量%のものと香りの強さは同程度であり、いずれも好ましい香りを有していた。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0066

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0066】

表 1

	エタノール濃度 (重量%)	最終温度 (℃)	香気の強さ	香気の質
実施例 1	40	106	++++	好ましい
実施例 2	10	117	+	好ましい
実施例 3	20	114	++	好ましい
実施例 4	30	110	+++	好ましい
実施例 5	50	104	++++	好ましい
実施例 6	60	103	++++	好ましい
比較例 1	0	120	ND	バランスが悪い
比較例 2	5	120	ND	バランスが悪い

(香気の強さは「+」の数が多い程強いことを示し、実施例1で得られた香気成分の香気の強さを「++++」と表した時の相対的な強さで表した。尚、比較例における香気の強さは、希釈倍率が異なるのでここには記載しない)

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0073

【補正方法】変更

【補正内容】

【0073】得られた香気成分は、いずれもpH4.85の帯黄色液体であり、これらの香気について、それぞれイオン交換水を用いて1500倍に希釈して官能試験を行い、実施例7の結果と比較した。この結果、10～

60重量%のエタノール水溶液を用いた場合(実施例7～12)に得られたコーヒー香気成分は、その香気の強さがエタノールの含量に比例して増し、70重量%及び80重量%のエタノール水溶液を用いた場合(実施例13及び14)に得られたコーヒー香気成分では、60重量%のものと香気の強さは同程度であり、いずれも好ましい香気を有していた。以上の結果を、実施例7の結果と合わせて表2に示す。